定向凝固工艺对高温合金 DZ417G 变截面疏松形成的影响

王永锋^{1,2},孟祥斌¹,李金国¹,刘兴刚²,王 凡³,金 涛¹,孙晓峰¹

(1. 中国科学院金属研究所,辽宁 沈阳 110016)(2. 东北大学,辽宁 沈阳 110004)

(3. 贵州黎阳航空动力有限公司,贵州 安顺 561100)

摘 要:研究了定向凝固工艺对高温合金 DZ417G 模拟叶片变截面疏松形成的影响。结果表明,模拟叶片靠近中心圆柱 一侧变截面疏松含量比靠近炉壁一侧高1个数量级。在一定浇注温度范围内(1480~1580 ℃),随浇注温度的升高,靠近中 心圆柱变截面位置疏松含量先升高后降低,在浇注温度为1550 ℃时疏松含量最高;而靠近炉壁侧变截面疏松含量随浇注 温度升高略有降低。在一定抽拉速度范围内(1~10 mm/min),随着抽拉速度的升高,靠近中心圆柱变截面位置疏松含量逐 渐升高,而靠近炉壁位置疏松含量逐渐降低。根据以上结果,针对模拟叶片变截面位置提出了浇注温度、抽拉速度和显微 疏松含量的对应关系。此外,定向凝固工艺对变截面疏松形成的影响主要是由固液界面前沿的温度梯度变化造成的。

关键词: 镍基高温合金; 浇注温度; 抽拉速度; 显微疏松

中图法分类号: TG132.3⁺2; TG249.9 文献标识码: A 文章编号: 1002-185X(2016)05-1264-07

显微疏松是高温合金涡轮叶片的一种较为常见的 铸造缺陷[1]。一般认为,显微疏松的产生是由于合金 凝固时合金液补缩不足造成的^[2,3]。为了弄清高温合金 铸件中显微缺陷的形成机理,国内外研究人员针对形 成显微疏松的影响因素开展了大量的工作。 Goldschmidt 等^[4]研究了不对称的加热温度对叶片变 截面疏松等缺陷形成的影响,认为突变截面疏松的形 成与固液界面前沿凝固速率密切相关。Whitesell 等^[5] 研究了凝固参数的变化对定向凝固高温合金显微组织 及疏松的影响,发现在凝固过程中,凝固参数对疏松数 量以及分布具有显著作用。西北工业大学的冯广召[6] 研究了不同抽拉速率下定向高温合金试棒内部疏松的 分布变化规律,认为在一定抽拉速度范围内,随着抽 拉速度的增加,显微疏松形成倾向降低。Lecomte 等^[7] 研究发现显微疏松的形成与合金成分密切相关。由上 述可知,目前关于高温合金显微疏松形成的研究大部 分停留在唯象的定性分析上面,缺乏定量分析。为此, 本实验针对容易产生疏松的定向高温合金 DZ417G^[8], 采用具有变截面特征的模拟叶片定量研究不同工艺参 数对 DZ417G 显微疏松形成的影响, 探讨了工艺参数 对疏松形成的作用机理,以期提高 DZ417G 合金叶片

的冶金质量。

1 实 验

实验材料为定向高温合金 DZ417G, 化学成分(质 量分数,%)为:Cr8.9,Co10.1,Mo3.1,Al5.3,Ti 4.4, C 0.15, B 0.013, Ni 余量。为了分析真实叶片在 凝固过程中变截面位置对显微疏松形成的影响,设计 了如图 1 结构的模拟叶片。定向凝固实验在工业用 ZGD-15 型双区加热真空单晶炉中完成。模拟叶片浇 注系统采用底注式,每组放置6枚模拟叶片(放置方式 如图1所示)。实验中型壳加热温度为1500℃,静置 时间为5min,浇注温度和抽拉速度如表1所示。浇注 后,沿叶片变截面位置采用电火花线切割切取试样横、 纵截面,经研磨及抛光后,将试样横截面沿径向平均 分为3部分,靠近中心圆柱一侧为内侧,靠近炉壁一 侧为外侧。利用 LEICA 光学显微镜对横截面各部分连 续采集试样图像,并对图片进行拼接,得到内中外 3 部分完整图像。利用 Sisc IAS8 金相分析统计软件统计 各部分疏松平均含量。试样经硫酸铜腐蚀剂腐蚀后, 用 Sisc IAS8 统计一定面积内枝晶个数,利用 $\lambda = (A/N)^{0.5}$ 计算一次枝晶间距 λ₁,而二次枝晶间距 λ₂采用纵截面

收稿日期: 2015-05-06

基金项目:国家自然科学基金(51331005,2014M550481);国家高技术研究发展计划(2014AA041701)

作者简介: 王永锋, 男, 1990年生, 硕士生, 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-83978872, E-mail: yongfengwang2012@ 126.com



图 1 模拟叶片的宏观形貌及其在定向凝固炉中的放置方式

Fig.1 Macrographs of dummy blade and the layout of radial sample clusters in the directional solidification furnace

表 1 模拟叶片的具体工艺参数 Table 1 Specific process parameters of the dummy blades

Number	Temperature/°C	Velocity/mm min ⁻¹
1	1480	6
2	1520	6
3	1550	6
4	1580	6
5	1520	1
6	1520	3
7	1520	8
8	1520	10

二次枝晶多次测量后取平均值。利用附带能谱仪(EDS)的 INSPECT F50 型场发射扫描电子显微镜(SEM)对铸态显微组织和碳化物进行观察分析,并利用 Sisc IAS8

金相分析统计软件多次测量后取平均值统计碳化物含 量及尺寸。

2 实验结果

2.1 浇注温度对变截面疏松的影响

表 2 为抽拉速度为 6 mm/min 时,不同浇注温度 下变截面内中外 3 个区域疏松含量统计结果。从表中 可见,浇注温度对变截面处不同位置的显微疏松含量 影响不同。随着浇注温度的升高,变截面内侧疏松含 量先升高后降低,在 1550 ℃时疏松最为严重,高达 9.27%,而在变截面中部疏松含量变化不明显,外侧疏 松含量略有下降(考虑到统计误差)。变截面内侧疏松 含量比中部以及外侧高 1 个数量级。

图 2 为抽拉速度为 6 mm/min 时,不同浇注温度 下变截面位置横截面凝固组织。可见,不同浇注温度 下变截面处凝固组织均为典型的枝晶组织,枝晶横截 面形貌为"十"字花样,枝晶间为 γ/γ'共晶组织,在 1550 ℃时横截面上三次枝晶形貌特别发达。表 3 列出

表 2	不同浇注温度下变截面内中外侧疏松含量统计结果
Table 2	Statistics of the content of porosity at inside, middle,
	outside part of the cross-section at different tempe-
	ratures (v=6 mm/min)

	,			
T	Content of porosity/%			
Temperature/ C	Inside	Middle	Outside	
1480	2.66	0.15	0.44	
1520	2.46	0.16	0.43	
1550	9.27	0.13	0.34	
1580	3.74	0.05	0.30	



图 2 不同浇注温度下变截面位置凝固组织 (v=6 mm/min)

Fig.2 Solidification microstructures of cross-section transitions at different casting temperatures (v=6 mm/min):
(a) 1480 °C, (b) 1520 °C, (c) 1550 °C, and (d) 1580 °C

了不同浇注温度下叶片变截面处一次枝晶间距 λ_1 及二次枝晶间距 λ_2 数值。可见,随着浇注温度的升高,横截面的一次枝晶间距 λ_1 和纵截面的二次枝晶间距 λ_2 均逐渐减小。由于浇注温度升高,合金液相温度梯度 G_L 也升高^[9],根据麦克莱恩^[10]关于温度梯度 G_L 及凝固速率R与一次枝晶间距 λ_1 的关系式:

$$\lambda_{\rm I} \propto G_{\rm L}^{-1/2} \cdot R^{-1/4} \tag{1}$$

$$\log \lambda_2 \propto \frac{1}{\log G_{\rm L} \cdot R} \tag{2}$$

在凝固速率 R 一定时,随着温度梯度 G_L 的升高,一次枝晶间距 λ_1 和二次枝晶间距 λ_2 均逐渐减小,与表 3 实验结果相一致。

利用带有 EDS 的 INSPECT F50 型场发射扫描电 子显微镜(SEM)对铸态碳化物进行成分分析,得到如 图 3 的碳化物能谱结果。根据能谱分析结果以及以往 的文献[9]报道可知:虽然碳化物形貌不同,但枝晶间 偏析的 Ti 含量很高,促进 TiC 的形核与长大,在凝固 结晶后期从液体中析出,为 MC 型碳化物。图 4 为不 同浇注温度下变截面位置 MC 碳化物形貌。可以看出, 随着浇注温度的升高,变截面位置 MC 碳化物的数量

表 3 一次枝晶间距 λ₁, 二次枝晶间距 λ₂ 与浇注温度 T 的关系 Table 3 Relationship between primary dendrite arm spacing λ₁, secondary dendrite arm spacing λ₂ and casting

temperat				
Temperature/°C	1480	1520	1550	1580
$\lambda_1/\mu m$	280.32	263.14	247.83	224.25
$\lambda_2/\mu m$	61.87	57.84	51.92	49.14

逐渐减少,单个碳化物的平均尺寸先增加后减小。表 4 为不同浇注温度下变截面位置 MC 碳化物的含量以 及平均尺寸统计结果。可以看出,MC 碳化物含量逐 渐升高,而 MC 碳化物平均尺寸先增加后减小,在 1550℃时碳化物尺寸最大。MC 碳化物尺寸的变化(如 表4所示)与变截面显微疏松含量变化(如表2所示) 趋势一致。

2.2 抽拉速度对变截面疏松的影响

表 5 为浇注温度为 1520℃时,不同抽拉速度下变 截面内中外 3 个区域疏松含量的统计结果。从表中可 见,随着抽拉速度的升高,变截面内侧疏松含量逐渐 升高,在拉速为 10 mm/min 时疏松最为严重,达到 4.40%,变截面中间部位的疏松含量呈上下波动,而变 截面外侧的疏松含量略微降低(考虑统计误差)。变



图 3 变截面位置碳化物能谱分析结果

Fig.3 Characteristic EDS spectrum for carbide at cross-section transition



图 4 不同浇注温度下变截面位置 MC 碳化物形貌 (v=6 mm/min)

Fig.4 Morphologies of MC carbide at cross-section transitions at different temperatures (v=6 mm/min):
(a) 1480 °C, (b) 1520 °C, (c) 1550 °C, and (d) 1580 °C

表 4 不同浇注温度下 MC 碳化物含量及尺寸 (v=6 mm/min) Table 4 Content and average size of MC carbide at different temperatures (v=6 mm/min)

Temperature/°C 1480 1520 1550 1.	580
Content/% 2.30 3.20 2.98 3	.25
Average size/µm 2.05 2.53 2.72 2	.33

表 5 不同抽拉速度下变截面内中外侧疏松含量统计 结果(T=1520℃)

Table 5 Statistics of the content of porosity at inside, middle, outside part of the cross-section at different withdrawal velocity (T=1520 °C)

Walasitu/mm min ⁻¹	Content of porosity/ %				
verocity/mm mm	Inside	Middle	Outside		
1	1.38	0.12	0.40		
3	2.76	0.29	0.39		
8	4.03	0.13	0.20		
10	4.40	0.23	0.29		

截面内侧疏松含量比中部以及外侧高1个数量级。

图 5 为浇注温度为 1520 ℃时,不同抽拉速度下 变截面位置横截面凝固组织。结果表明,随着抽拉速 度的增加,变截面处一次枝晶细化,十字花样越来越 细小,二次枝晶臂从低拉速时的粗大枝晶到高拉速时 细小紧密排列。表 6 列出了不同抽拉速度下叶片截面 处的一次枝晶间距 λ₁以及二次枝晶间距 λ₂。可知,随 着抽拉速度的升高,变截面处的一次枝晶间距 λ₁和二 次枝晶间距 λ₂均逐渐减小,与式(1)和式(2)中一 次枝晶间距、二次枝晶间距与温度梯度凝固速率关系 相符。 图 6 为不同抽拉速度下模拟叶片变截面位置 MC 碳化物形貌。从图中可以看出,随着抽拉速度的升高,碳化物的尺寸逐渐减小,碳化物的数量逐渐增加。表 7 为不同抽拉速度下 MC 碳化物的含量以及平均尺寸统计结果。从表中可见,随着抽拉速度的升高,碳化物的含量以及平均尺寸均逐渐下降。

2.3 工艺参数对变截面疏松的影响

通常来讲,当疏松含量超过 3%的时候,该高温合 金铸件的力学性能会大幅度下降,导致铸件报废^[11]。 图 7 是本实验中得到的浇注温度、抽拉速度和显微疏 松含量的对应关系。如图所示,对具有突变截面的定 向凝固高温合金 DZ417G 模拟叶片来说,当浇注温度 在 1480~1520 ℃,抽拉速度在 1~6 mm/min 范围内, 在模拟叶片的突变截面位置产生的疏松平均含量会低 于 3%,可以保证叶片的性能要求。当浇注温度在 1520~1580 ℃,抽拉速度在 6~10 mm/min 范围内时, 模拟叶片突变截面的疏松含量会超过 3%,该位置容易 成为铸件应力裂纹形成源,导致铸件报废。在实际生产 过程中,应采用合理的浇注工艺,避免铸件疏松超标。

3 分析与讨论

3.1 液相线几何形状对变截面疏松的影响

定向凝固过程中,模拟叶片变截面通过隔热挡板 进入真空环境时,变截面外侧由于直接与真空环境相 接触散热降温较快,而变截面内侧由于受到模拟叶片 的遮挡不能够及时散热导致降温较慢,所以外侧的冷 却速度比内侧大,即外侧的过冷度 ΔT 比内侧大,使



图 5 不同抽拉速度下变截面位置凝固组织(T=1520 ℃)

Fig.5 Solidification microstructures of cross-section transitions at different withdrawal velocity v (T=1520 °C):
(a) 1 mm/min, (b) 3 mm/min, (c) 8 mm/min, and (d) 10 mm/min

 $\lambda_1/\mu m$

表 6 一次枝晶间距 λ ₁	,二次枝	晶间距 λ ₂	与抽拉速周	ξν的关系		
Table 6 Relationshi	ip betwee	en the prin	nary dendi	rite arm		
spacing λ_1 , secondary dendrite arm spacing λ_2						
and withdrawal velocity v						
Valocity/mm min ⁻¹	1	2	0	10		

 $\lambda_2/\mu m$ – 63.55 48.94 47.19

282.25

253.83

242.59

349.69

得变截面外侧的液相线相对于内侧位置偏低。可以认

为突变截面附近液相线形状是凹的^[12],即变截面内侧 上表面率先凝固,糊状区枝晶首先长入变截面内侧上 表面,高温熔体凝固后产生收缩,形成枝晶间空隙。 由于液相线呈上凹形状,未凝金属液先对外侧枝晶空 隙进行补缩,造成内侧上表面出现后凝区域,补缩不 足,导致变截面内侧的疏松程度比外侧严重(如图 8a 所示)。



图 6 不同抽拉速度下变截面位置 MC 碳化物形貌 Fig.6 Morphologies of MC carbide at cross-section transitions within different withdrawal velocity: (a) 1 mm/min, (b) 3 mm/min, (c) 8 mm/min, and (d) 10 mm/min

Table 7	Average size and content of MC carbide at different				
withdrawal velocity					
Velocity/mm min ⁻¹ 1 3 8 10					
Content/%		3.53	2.90	2.44	2.23
Average size/µm		6.52	2.85	1.97	1.59

表 7 不同抽拉速度下 MC 碳化物含量和平均尺寸



图 7 浇注温度、抽拉速度和显微疏松含量的对应关系



3.2 浇注温度对变截面疏松的影响

浇注温度主要从两方面对变截面疏松产生影响。 首先,固液界面的温度梯度 G1 直接影响枝晶的生长速 度和叶片的组织与性能,提高固液界面温度梯度 G_L 可以采用提高固液界面前沿熔体温度的方法^[9]。在变 截面离开加热区进入真空环境时,变截面上表面向真 空散热, 浇注温度越高, 温度梯度 GL 就越大, 在变截 面内侧上表面枝晶间发生的凝固收缩越剧烈,枝晶间 空隙越多。由于液相线的倾斜,金属液对变截面内侧 上表面部位不能够有效地补缩,导致内侧上表面疏松 越来越多(如图 8a~8c 所示)。与此同时,随着浇注温 度的升高,固液界面前沿的温度梯度 G_L也升高^[13], 而在变截面内侧位置的温度梯度 GL 垂直于液相线斜 率,温度梯度 GL 越大,则液相线斜率越小,液相线形 状越平缓(如图 8a~8d 所示), 变截面内侧上表面首先 与液相线相接触,内侧上表面疏松含量逐渐减少(如 图 8d 所示)。从表 2 可以看出, 当浇注温度在 1480~ 1550 ℃范围时,随着浇注温度的升高,变截面内侧上



图 8 不同浇注温度下变截面位置液相线形状

Fig.8 Liquidus isotherm shape near cross-section transitions at different casting temperatures $(T_1 < T_2 < T_3 < T_4)$: (a) $T_1 =$ 1480 °C, (b) $T_2 = 1520$ °C, (c) $T_3 = 1550$ °C, and (d) $T_4 =$ 1580 °C

表面枝晶间发生的凝固收缩对内侧疏松的影响大于液 相线斜率减小对内侧疏松的影响,所以内侧的疏松含 量增加,并在浇注温度为 1550 ℃时内侧的疏松含量达 到最高,9.27%;当浇注温度在 1550~1580℃范围时, 此时液相线斜率减小对内侧疏松补缩的影响大于枝晶 间发生的凝固收缩对疏松的影响,所以变截面内侧的 显微疏松含量降低。

3.3 抽拉速度对变截面疏松的影响

抽拉速度对变截面疏松含量的影响主要在于:在 稳定生长条件下,固液界面前沿的温度场是稳定的, 模拟叶片的抽拉速度主要受叶片辐射传热特性的影 响,在小于临界抽拉速度的条件下,凝固速率 R 与抽 拉速度基本一致,且固液界面稳定在辐射档板附近。 在抽拉速度 v 较低时(1和3mm/min),模拟叶片变截 面位置离开下加热区进入真空环境冷却,此时变截面 位置纵向温度梯度 Gz 与横向温度梯度 GH之比 Gz/GH 较大,纵向热通量较大,此时一次枝晶主要依靠纵向 散热来结晶生长,二次枝晶生长较弱,金属液相线曲 率较低,金属液对变截面内侧上表面枝晶间细小的空 隙补缩较为充分, 疏松较少; 在抽拉速度 v 较高时(8 和 10 mm/min), 变截面位置纵向温度梯度 Gz 与横向 温度梯度 G_H之比 G₇/G_H较小,纵向热通量较小,而 横向热通量相对较大,金属液液相线曲率较高,金属 液对变截面内侧上表面枝晶间空隙的补缩困难, 内侧 疏松含量较高(如图9所示)。在抽拉速度较低时,金 属液温度梯度较大,枝晶花样凝固收缩剧烈,但是液 相线斜率较低,所以外侧上表面疏松体积较大但数量 较少;随着抽拉速度的升高,温度梯度逐渐减小,但





Fig.9 Liquidus isotherm shape near cross-section transitions at different withdrawal velocities ($v_1 < v_2$): (a) $v_1=3$ mm/min and (b) $v_2=8$ mm/min

是液相线斜率较高,所以外侧上表面疏松体积减小, 但数量增加^[7],与表5结果一致。

4 结 论

 1) 在变截面位置由于内外侧温度梯度的差别,导 致液相线形状向外侧倾斜,模拟叶片内侧疏松较外侧 严重。

2) 在一定的浇注温度范围内(1480~1580 ℃), 随着浇注温度的升高,变截面内侧疏松含量先升高后 降低,在1550 ℃时疏松最为严重,而在该浇注温度范 围内,外侧疏松含量逐渐降低。

3) 在一定的抽拉速度范围内(1~10 mm/min),随着抽拉速度的升高,变截面内侧的疏松含量逐渐增加,外侧疏松含量逐渐下降。

4) 随浇注温度以及抽拉速度的升高,变截面位置的一次枝晶间距λ1以及二次枝晶间距λ2均逐渐减小, 变截面内侧的疏松由数量较少但是体积较大的疏松逐渐变为数量较多但是体积较小的疏松,总体来说疏松含量增加。

参考文献 References

- [1] Yang Jinxia(杨金侠), Zhang Qi(郑 启), Ji Manqing(纪曼青) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与 工程)[J], 2012, 41(4): 692
- [2] Chen Q Z, Kong Y H. Scripta Materialia[J], 2004, 51: 155
- [3] Al-Jarba K A, Fuchs G E. Materials Science and Engineering A[J], 2004, 373(1-2): 255
- [4] Goldschmidt D, Paul U. The Minerals, Metals & Materials Society[J], 1992, 46: 155
- [5] Whitesell H S, Overfelt R A. Materials Science and Engineering A[J], 2001, 318: 264
- [6] Feng Guangzhao(冯广召). Foundry(铸造)[J], 2009, 58(5): 427
- [7] Lecomte Beckers J. Metallurgical Transactions[J], 1988, 19: 2341

- [8] Guo Jianting(郭建亭). Acta Metallrugica Sinica(金属学报)[J], 2002, 38(11): 1163
- [9] Guo Jianting(郭建亭). Materials Science and Engineering for Superalloys(高温合金材料学)[M]. Beijing: Science Press, 2008: 301
- [10] Mc Lean. Translated by Chen Shiqing(陈石卿译). Directional Solidification Superalloys(定向凝固高温材料)[M].
 Beijing: Aviation Industry Press, 1988: 13
- [11] Li Jinguo(李金国), Jin Tao(金 涛), Zhao Nairen(赵乃仁) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与 工程)[J], 2002, 31(3): 197
- [12] Rutter J W, Chalmers B. Can J Phys[J], 1953, 31: 15
- [13] Liu Lirong(刘丽荣), Mao Liang(茆亮), Chen Lijia(陈立佳) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料 与工程) [J], 2011, 40(12): 2212

Influence of Directionally Solidified Process on Porosity in the Cross-Section Transitions of Ni-Based Superalloy DZ417G

Wang Yongfeng^{1,2}, Meng Xiangbin¹, Li Jinguo¹, Liu Xinggang², Wang Fan³, Jin Tao¹, Sun Xiaofeng¹

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. Northeastern University, Shenyang 110004, China)

(3. Guizhou Liyang Aero-Power Co. Ltd, Anshun 561100, China)

Abstract: The influence of directionally solidified process on porosity in cross-section transitions of dummy blade nickel-based superalloy DZ417G was investigated. It is found that the content of porosity at transition platform near the central runner is an order of magnitude higher than that near the heater. In a certain casting temperature range (1480~1580 °C), with the increase of casting temperature, the content of porosity at transition platform near the central runner increases at first and then decreases, and the temperature with maximum content of porosity is 1550 °C; however, in this casting temperature range, with the increase of casting temperature, the content of porosity at transition platform near the heater decreases a little bit. In a certain withdrawal velocity range (1~10 mm/min), with the increase of withdrawal velocity, porosity at transition platform near the central runner increases gradually; however the porosity at the opposite side part decreases. Based on these results, the relationship between casting temperature, withdrawal velocity and the content of porosity in transition platform dummy blade has been proposed. Besides, the influence of directional solidification process on the formation of porosity on the cross-section of the platform is mainly caused by the variation of temperature gradient of the solid-liquid interface. **Key words:** nickel based superalloy; casting temperature; withdrawal velocity; micro-prorsity

Corresponding author: Li Jinguo, Ph. D, Professor, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-83978872, E-mail: jgli@imr.ac.cn